

**SUPERPLASTIC NI ALLOY FOR FORGING AND ITS MANUFACTURE**

**Patent number:** JP61073851  
**Publication date:** 1986-04-16  
**Inventor:** TOMIZUKA ISAO; HARADA KOJI; KOIZUMI YUTAKA;  
ISHIDA AKIRA; YAMAZAKI MICHIO  
**Applicant:** NAT RES INST METALS  
**Classification:**  
- **international:** C22C19/05  
- **european:**  
**Application number:** JP19840192591 19840917  
**Priority number(s):** JP19840192591 19840917

**Abstract of JP61073851**

**PURPOSE:**To obtain an Ni alloy which undergoes easily grain refining and has low resistance to superplastic deformation by putting Ni alloy powder having a specified composition in a container and by extruding the powder at a specified temp. in a specified extrusion ratio. **CONSTITUTION:**Ni alloy powder consisting of, by weight, 0.02-0.12% C, 5-12% Co, 7-9% Cr, 10-14% W, 4.5-5.5% Al, 0.1-1.5% Ti, 3-5% Ta, 0.3-1.3% Hf, 0.005-0.018% B, 0.01-0.15% Zr and the balance essentially Ni is put in a container and extruded at 1050-1225 deg.C in 4-15 extrusion ratio. The powder may be sintered by heating at 1025-1250 deg.C for 30-200min under 800-2000atm. before the extrusion. By this method and grain size can be made small without causing cracking during the extrusion. The resulting alloy has low resistance to superplastic deformation and can be worked into a large-sized article or an article of a complex shape by forging.

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

**BEST AVAILABLE COPY**

JP-A-61-673851

#### Objects of the invention

The invention is embodied to solve the problems of the existing superplastic forging Ni base alloy and it is an object of the invention to provide an Ni base alloy with crystal grains easily fined and having small superplastic deformation resistance.

#### Construction of the invention

To accomplish the object, the inventors first examined to find out an optimum alloy composition for fining crystal grains. Here, it is important to prevent breakage from occurring at the extruding time to fine crystal grains. If breakage occurs, even if the crystal grains are fine and the deformation resistance lessens, it is impossible to mold to a gas turbine disk, etc.

As the result of examining from this viewpoint, the inventors found out that the alloy of the composition described below is an optimum alloy to make it possible to fine crystal grains without causing breakage to occur in extruding. The inventors also found out an optimum fining method of crystal grains and have completed our invention.

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)4月16日

C 22 C 19/05

7518-4K

審査請求 有 発明の数 3 (全4頁)

⑮ 発明の名称 超塑性鍛造用Ni基合金及びその製造方法

⑯ 特 願 昭59-192591

⑰ 出 願 昭59(1984)9月17日

⑱ 発 明 者 富 塚 功 横浜市神奈川区白楽11-13  
 ⑱ 発 明 者 原 田 広 史 小平市花小金井1-21-2-206  
 ⑱ 発 明 者 小 泉 裕 千葉市稲毛海岸5-5, 25-101  
 ⑱ 発 明 者 石 田 章 東京都目黒区自由ヶ丘1-21-9 藤原方  
 ⑱ 発 明 者 山 崎 道 夫 逗子市久木8-14-72  
 ⑲ 出 願 人 科学技術庁金属材料技  
 術研究所長

明 細 書

1. 発明の名称

超塑性鍛造用Ni基合金及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 重量%で、C 0.02~0.12%、Co 5~12%、Cr 7~9%、W 10~14%、Al 4.5~5.5%、Ti 0.1~1.5%、Ta 3~5%、Hf 0.3~1.3%、B 0.005~0.018%、Zr 0.01~0.15%を含み、残部は実質的にNiよりなる超塑性鍛造用Ni基合金。
- (2) 重量%で、C 0.02~0.12%、Co 5~12%、Cr 7~9%、W 10~14%、Al 4.5~5.5%、Ti 0.1~1.5%、Ta 3~5%、Hf 0.3~1.3%、B 0.005~0.018%、Zr 0.01~0.15%を含み、残部は実質的にNiよりなるNi基合金粉末を、容器に入れ、これを1050~1225℃、押出し比4~15で押出すことを特徴とする超塑性鍛造用Ni基合金の製造方法。
- (3) 重量%で、C 0.02~0.12%、Co 5~12%、Cr 7~9%、W 10~14%、Al 4.5~5.5%、Ti 0.1

~1.5%、Ta 3~5%、Hf 0.3~1.3%、B 0.005~0.018%、Zr 0.01~0.15%を含み、残部は実質的にNiよりなるNi基合金粉末を容器に入れ、1025~1250℃、800~2000気圧下で30~200分高温高圧処理して焼結させた後、1050~1225℃押出し比4~15で押出すことを特徴とする超塑性鍛造用Ni基合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は超塑性鍛造を行う際の変形抵抗が特に小さいNi基合金に関するものである。Ni基超合金を用いてガスタービンディスクなどの大型で複雑な形状の製品を成形する方法として超塑性鍛造法が知られている。これは金属材料があたかも粘土のように小さい力で数百%以上も塑性変形する現象すなわち超塑性現象を利用するものである。

従来技術

従来の超塑性鍛造用Ni基合金としては、例え

は Rene 95 (G. B 社製)、Merl 76 (ブラッドフ  
ンドホイットニ社製) の Ni 基合金が知られてい  
る。しかしながら、これらの合金は実施例にお  
いて比較合金として示すように、結晶粒径も大  
きく、特に超塑性鍛造時の変形抵抗が大きすぎ  
る問題点があった。変形抵抗が大きすぎると大  
型製品や複雑形状製品の成形が困難となり、た  
とえ成形が可能であったとしても、そのために  
は大型のプレスが必要となり、生産性の面で好  
ましくない。

この超塑性変形抵抗を小さくするには、押出  
加工によって結晶粒を微細化することが効果的  
であることは知られているが、前記既存の Ni 基  
合金では、結晶粒を小さくするのも限度があっ  
た。

#### 発明の目的

本発明は既存の超塑性鍛造用 Ni 基合金の問題  
点を解消すべくなされたもので、その目的は結  
晶粒の微細化が容易で、かつ超塑性変形抵抗の  
小さい Ni 基合金を提供することにある。

- (1) 重量％で、C 0.02~0.12、Co 5~12、Cr 7~9、W 10~14、Al 4.5~5.5、Ti 0.1~1.5、Ta 3~5、Hf 0.3~1.3、B 0.005~0.018、Zr 0.01~0.15 を含み、残部は実質的に Ni よりなる Ni 基合金粉末を、容器に入れ、これを 1050~1225℃、押出し比 4~15 で押出すことを特徴とする超塑性鍛造用 Ni 基合金の製造方法。
- (2) 重量％で、C 0.02~0.12、Co 5~12、Cr 7~9、W 10~14、Al 4.5~5.5、Ti 0.1~1.5、Ta 3~5、Hf 0.3~1.3、B 0.005~0.018、Zr 0.01~0.15 を含み、残部は実質的に Ni よりなる Ni 基合金粉末を容器に入れ、1025~1250℃、800~2000 気圧下で 30~200 分高温高圧処理して固化させた後、1050~1225℃、押出し比 4~15 で押出すことを特徴とする超塑性鍛造用 Ni 基合金の製造方法にある。

本発明の Ni 基合金の組成元素の作用ならび  
にその含有量の限定理由は次の通りである。

#### 発明の構成

本発明者は前記目的を達成すべく、まず結晶  
粒を微細化するのに最適な合金組成を見出すべ  
く検討を行った。ここで重要なことは、結晶粒  
を微細化するための押出加工時に割れが生じな  
いことである。もし割れが生ずると、結晶粒が  
微細で変形抵抗が小さくなっても、ガスタービ  
ンディスクなどに成形することは不可能である。

本発明者はこの観点から検討を加えた結果、  
以下に述べる組成の合金が押出加工に際し割れ  
が生ぜず結晶粒を微細化できる最適な合金で  
あることを見出した。また、結晶粒の微細化法  
の最適法を見出し本発明を完成した。

本発明の Ni 基合金は、

重量％で、C 0.02~0.12、Co 5~12、Cr 7~9、W 10~14、Al 4.5~5.5、Ti 0.1~1.5、Ta 3~5、Hf 0.3~1.3、B 0.005~0.018、Zr 0.01~0.15 を含み、残部は実質的に Ni よりなる超塑性鍛造用 Ni 基合金にある。

その合金の製造法は、

C は粒界を強化する作用をし、押出加工時の  
粒界での割れを抑制する作用をする。この効果  
を得るには C 量が 0.02 重量％(以下単に％と  
記載する)以上必要である。しかし、その量が  
0.12％を超えると合金全体が脆化し、押出加  
工時に割れを発生し易くなって、微細粒組織が  
得られなくなるので、C 量は 0.02~0.12％で  
あることが必要である。

Co は合金の延性を増加させ、押出加工時の割  
れを抑制する作用をする。この効果を得るには  
5％以上必要である。しかしその量が 12％を  
超えると有害析出物を生じて押出加工時に割れ  
を発生し易くなるので、Co 量は 5~12％である  
ことが必要である。

Cr は合金を軟化させ、押出加工を容易にする  
作用をする。その量が 7％より少いとその効果  
が十分でなく、9％を超えると合金中にシグマ  
相などの有害相が生じ、押出加工時に割れが生  
ずる原因となるので、Cr 量は 7~9％であるこ  
とが必要である。

Wは結晶粒の微細化に極めて有効である。その量が10%より少いとその効果が十分でなく、14%を超えるとアルファW相やミュー相などの有害相が生成し、押出加工時に割れが生じ易くなるので、W量は10~14%であることが必要である。

Alはガンマブライム相を生成する作用をする。押出加工により結晶粒を微細にするには、十分な量のガンマブライム相が生成していることが必要である。そのためには4.5%以上のAl量が必要である。しかし、その量が5.5%を超えるとガンマブライム相の量が増加し、押出加工に必要な圧力が高くなりすぎるので、Al量は4.5~5.5%であることが必要である。

TiはAlと共にガンマブライム相を生成し、押出加工時の結晶粒微細化を促進する作用をする。その量が0.1%より少いと十分な効果が得られなく、1.5%を超えるとイータ相を生成して押出加工時に割れを生じ易くなるので、Ti量は0.1~1.5%であることが必要である。

%を超えると有害相を生じ、押出加工時の割れを助長するので、Zr量は0.01~0.15%であることが必要である。

次に本発明の合金の製造方法について述べる。その製造方法は前記したように2種の方法によって行うことができる。

第1の方法は、本発明の合金粉末を容器に入れて押出す方法である。この際の押出温度と押出し比が特に重要である。押出温度は1050~1225℃、押出し比は4~15の範囲が最も好ましい。押出温度が1050℃より低いと押出しによって割れが生じ、実用的な超塑性鍛造用Ni基合金が得られない。その温度が1225℃を超えると結晶粒の微細化が不十分となり、超塑性変形抵抗が小さくならない。押出し比が4より小さいと結晶粒の微細化が不十分で超塑性変形抵抗が小さくならず、15より大きいと押出しができなくなる。

第2の方法は押出処理に先立って高温高圧処理(HIP処理)を行う方法である。このHIP

TaはWと同様に押出加工時結晶粒を微細化する作用をする。その量が3%より少いとその効果が十分でなく、5%を超えるとガンマブライム相が多量に生じて押出加工に必要な圧力が高くなりすぎるので、Ta量は3~5%であることが必要である。

Hfは押出加工時の粒界での割れを抑制する作用をする。その量が0.3%より少いとその効果が十分でなく、1.3%を超えると有害相を生成して押出加工時の割れの原因となるので、Hf量は0.3~1.3%であることが必要である。

BはCと同様に押出加工時の粒界での割れを抑制する作用をする。その量が0.005%より少いとその効果が十分でなく、0.018%を超えると合金の融点が低下して押出加工時に部分熔融を生じ割れを発生するので、B量は0.005~0.018%であることが必要である。

ZrはCとBと同様に粒界強化元素として作用し、押出加工時の割れを防止する。その量が0.01%より少いとその効果が十分でなく、0.15

処理は超塑性変形抵抗の低下には直接結びつかないが、粉末が焼結するため、その後の押出加工の操作が容易となる利点がある。

例えば、押出用の容器に挿入する際減圧処理や封入処理が必要となくなり、作業性が向上する。HIP処理の条件は、温度1025~1250℃、圧力800~2000気圧、時間30~200分であることが適当である。処理温度が1025℃未満であると粉末が十分焼結せず、1250℃を超えると合金が一部熔融して有害組織を生成し押出加工時に割れを生ずる原因となる。処理圧力が800気圧未満では粉末が十分焼結せず、2000気圧を超えるとそれに相当する高圧装置を必要とし、実質的に不利である。また、処理時間が30分未満では、粉末が十分焼結せず、200分を超えると生産能率を下げる結果となる。押出温度は1050~1225℃、押出し比は4~15の範囲とする。それらの理由は前記と同様である。

## 実施例

本発明の合金と既存の Rene 95 及び Merl 76 を表 1 に示す条件で製造した。その結果は表 1 に示す通りであった。なお、表 1 中の超塑性変形抵抗値は、引張試験片（平行部直径 3.5 mm、平行部長さ 20 mm）を用いて、1050℃にて、1.25mm/分の速度で引張変形させたときの値である。

合金名	製造条件		結晶粒径 (ミクロン)	超塑性変形抵抗 (最大変形抵抗、kgf/mm <sup>2</sup> )
	押	加工		
本発明合金	温度 1100℃	押出し比 9.3	3	0.99
	温度 1100℃	押出し比 5	2	0.52~0.72
既存合金 Rene 95	温度 1100℃	押出し比 5	8	4.9
既存合金 Merl 76	温度 1100℃	押出し比 5	6	2.5

表 1 本発明合金と既存合金の超塑性変形抵抗の比較

合金名	合金組成 (重量%)	製造条件	
		高温	高压処理
本発明合金	Co 0.7, Co 8.24, Cr 7.75, W 12.19, Al 5.06, Ti 0.78, Ta 4.15, Hf 0.80, B 0.012, Zr 0.05, Ni 残	処理せず	
		温度 1100℃	
		圧力 900気圧	
既存合金 Rene 95	Co 0.7, Co 7.97, Cr 12.88, Mo 3.42, W 3.56, Al 3.53, Ti 2.48, Nb 3.59, B 0.008, Zr 0.06, Ni 残	120分	
		温度 1100℃	
		圧力 900気圧	
既存合金 Merl 76	Co 0.19, Co 18.23, Cr 12.43, Mo 3.24, Al 4.79, Ti 4.30, Nb 1.38, Hf 0.40, B 0.018, Zr 0.04, Ni 残	120分	
		温度 1100℃	
		圧力 900気圧	

この結果が示すように、本発明合金を本発明の方法で作ったものは、結晶粒径が 2~3 ミクロンで、既存 Rene 95 あるいは Merl 76 の結晶粒径に比べて半分以下と小さくなっている。その結果、超塑性変形抵抗が大巾に低下して

## 発明の効果

本発明の Ni 基合金は押出加工に際して生ずることなく、結晶粒径を極めて微細なものとなし得、また超塑性変形抵抗が小さく、大型製品や複雑形状品を鍛造し得られる優れた特性を有する。

特許出願人 科学技術庁金属材料技術研究所長

中 川 龍 一

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.